

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **09-328666**(43)Date of publication of application : **22.12.1997**

(51)Int.Cl.

C09J133/06
// C08F220/18
(C08F220/18
C08F218:08
C08F220:06)(21)Application number : **08-170529**(71)Applicant : **SAIDEN KAGAKU KK**(22)Date of filing : **10.06.1996**(72)Inventor : **MIYAJIMA TSUNEHISA**
YOSHIDA IKUO**(54) ADHESIVE COMPOSITION REDISPERSIBLE IN WATER****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an adhesive composition redispersible in water which can be used in tack paper, adhesive tape and the like and has the layer of the tackifier which can be redispersed together with pulp, when the paper in the tack paper and the adhesive tape is pulped again for the resource protection, thus causing no quality deterioration of the waste water from the paper making.

SOLUTION: This composition is prepared by adding 5-60 pts.wt. of a sugar alcohol such as sorbitol to 100 pts.wt. of an alkali metal salt of a copolymer mainly containing an alkyl (of 4-12 carbon atoms) (meth)acrylate, vinyl acetate, (meth)acrylic acid and a caprolactone adduct to (meth)acrylic acid in a specific proportion.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (a) 40 - 95 % of the weight of acrylic-acid alkyl ester to which a carbon number has the alkyl group of 4-12 (meta), (b) Vinyl acetate 2 - 2 - 10 % of the weight of 20 % of the weight and (c) (meta) acrylic acids, (d) (meta) As opposed to the polymer 100 weight section from which 1 - 9 % of the weight (1-10 addition mol) of the caprolactone addition products of an acrylic acid, and 0 - 55 % of the weight [of copolymerization nature monomers besides (e)] a part or all of a carboxyl group of a copolymerization polymer serves as the alkali-metal salt The water redispersible binder constituent which comes to carry out 5-60 weight section addition of the sugar-alcohol.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] When it can be used for various intended use as tackiness paper or an object for adhesive tapes and it re-pulps for the purpose, such as resources protection, this invention can be easily disaggregated in water and relates to the water redispersible binder constituent which can collect used paper.

[0002]

[Description of the Prior Art] The importance of re-pulping increased in recent years, and various efforts have been made by the development of the binder which can fill those demands. The alkali soluble mold binder constituent which comes to add the surfactant in which the plasticity grant to the copolymer which makes a principal component carboxyl group inclusion vinyl system monomers, such as an acrylic acid (meta), is possible is indicated by the specification of JP,5-156222,A as an example of the attempt. Moreover, using 20 - 99 % of the weight of acrylic-acid alkoxy ethyls, 30 - 1 % of the weight of styrene sulfonates, and a 50 - 0 % of the weight [of other copolymerization nature monomers] copolymerization polymer for the specification of JP,5-70755,A as a base polymer in water-soluble or water redispersible pressure-sensitive adhesives is indicated.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The thing given in JP,5-156222,A mentioned above is a binder melted completely in the alkaline water], and is also presupposing that good water solubility or water dispersibility is acquired underwater to pressure-sensitive adhesives (a binder is called henceforth) given in JP,5-70755,A. or [therefore, / melting a binder in water or the alkaline water simply, when re-pulping tackiness paper, an adhesive tape, etc.] -- or since it re-distributes, it can be said that the early purpose was attained

[0004] However, that a binder flows out underwater will produce still another problem worsen the water quality of waste water. this invention also improves the trouble of such waste water, and the binder coat in used paper is distributed by the moderate size in the process of re-pulping, and it stops into regeneration pulp, it is buried into this pulp fiber, and has the characteristic feature of losing tackiness.

[0005]

[Means for Solving the Problem] this invention is the binder constituent for recycling which moreover does not worsen the quality of paper of recycled paper without starting passing a binder to waste underwater one without solving the problem which a water-soluble binder holds and worsening the water quality of waste water that is,.

[0006] 40 - 95 % of the weight of acrylic-acid alkyl ester to which (a) carbon number specifically has the alkyl group of 4-12 (meta), (b) Vinyl acetate 2 - 2 - 10 % of the weight of 20 % of the weight and (c) (meta) acrylic acids, (d) (meta) As opposed to the polymer 100 weight section from which 1 - 9 % of the weight (1-10 addition mol) of the caprolactone addition products of an acrylic acid, and 0 - 55 % of the weight [of copolymerization nature monomers besides (e)] a part or all of a carboxyl group of a copolymerization polymer serves as the alkali-metal salt It is the water redispersible binder constituent which comes to carry out 5-60 weight section addition of the sugar-alcohol.

[0007] (a) Although butyl-acrylate, acrylic-acid 2-ethylhexyl, methacrylic-acid butyl, and methacrylic-acid 2-ethylhexyl etc. is desirable especially as acrylic-acid alkyl ester to which the carbon number of a component has the alkyl group of 4-12 (meta), it cannot be overemphasized that other acrylic esters (meta) are combined suitably and can be used. This (a) component is a component which gives adhesion and internal cohesive force, and at least 40 % of the weight is required for it. (b) If the vinyl acetate of a component is required in order to raise the function of adhesion physical properties, and a part is understood an added water part, it becomes polyvinyl alcohol, there is no operation of raising the water redispersible of a binder and at least 2 % of the weight is not used in case it is used for saturation of a caustic alkali of an acrylic acid (meta), the operation will seldom appear. However, if it uses too much mostly, since the cohesive force of a polymer will become high and a tackiness will decrease, it is good to stop by grade 20% of the weight. (c) Although the acrylic acid (meta) of a component is an acrylic acid or a methacrylic acid, these are neutralized by the caustic alkali, i.e., the caustic alkali of sodium, or caustic potash of at least 0.2 or more equivalents of the carboxyl group, carry out the operation which gives a water redispersible to a binder, and at least 2 % of the weight is required. However, it is good, although it stopped to the use to 10 % of the weight, since adhesion physical properties are reduced, and it reacts with the metal salt in paper material and it was [re-] hard coming to distribute in water, when there were too many copolymerization rates of an acrylic acid (meta).

[0008] (d) Use the monomer mixture which whose domains of the number of addition mols of a caprolactone are 1-10 as a caprolactone addition product of the acrylic acid (meta) of a component, and has the average in the domain of 1-5. By taking the

molecular structure which is said that this (d) component exists in the position where the carboxyl group combined as a side chain to a polymer principal chain when carrying out the addition polymerization of this unlike an acrylic acid etc., although it is one sort of the monomer which has a carboxyl group (meta) kept away from the above-mentioned principal chain, the low polymer of a glass transition temperature is given, namely, operation of giving adhesion physical properties is carried out. (d) It is neutralized by the caustic alkali of the at least 0.2 equivalents, and the carboxyl group of a component also carries out the operation which gives a water redispersible and adhesion physical properties to a binder, and is required for at least 1 % of the weight. However (meta), it is better to stop to the use to 9 % of the weight, since the polymerization reaction was checked and polymerization yield got worse, when there were too many copolymerization rates of the caprolactone addition product of an acrylic acid.

[0009] As other copolymerization nature monomers of a component, (e) An ethyl acrylate (meta), An acrylic-acid isopropyl, styrene, an alpha methyl styrene, (Meta) An itaconic acid, a fumaric acid, a maleic acid, or those monoesters and a diester, Hydroxyl inclusion (meta) acrylic esters, such as an acrylic-acid 2 ***** ethyl, an acrylic-acid (meta) methoxy ethyl, (Meta) (Meta) Vinylcyanide monomers, such as an acrylic-acid ethoxy ethyl and acrylonitrile, an acrylamide (meta), N-methylol acrylamide, a glycidyl methacrylate, etc. are mentioned. Since it makes the adhesion physical properties of a polymer, and a water redispersible improve although a kind or two sorts or more of monomers chosen from these are used zero to 55% of the weight when copolymerization especially of the acrylic-acid alkoxy ethyl is carried out five to 30% of the weight, it is desirable.

[0010] When using the vinyl monomer which has functional groups, such as a carboxyl group, an amide group, a hydroxyl group, or an epoxy group, as other above-mentioned copolymerization nature monomers, the desirable amount of this vinyl monomer unit in a copolymer is 5 or less % of the weight, and if it increases more than it, the tackiness at the time of using as a binder will fall.

[0011] The above-mentioned copolymer is compounded by the well-known emulsion-polymerization method or the micro suspension polymerization method. You may add a chain transfer agent, a plasticizer, etc. if needed in that case. Although a part or all of a carboxyl group of a copolymer that was obtained is neutralized by the caustic alkali, even if it is before a polymerization reaction, you may be after a polymerization reaction at the time of a neutralization. When ammonia is used for a neutralization, there is a fault that the water redispersible of a binder gets worse with vaporization of ammonia. Moreover, since the cohesive force of adhesion physical properties will decline sharply if an amines is used, neutralizing by these alkaline matter is not desirable.

[0012] Although 5-60 weight section addition of the sugar-alcohol is carried out to the polymer 100 weight section which does in this way and was obtained, although the binder constituent of this invention has a glycerol, a sorbitol, a mannite, a dulcitol, idit, an erythritol, an arabite, an adonitol, etc. as sugar-alcohol, it has the effect the sorbitol excelled [effect] in plasticization and the water redispersible of a binder coat especially, and gives a strong tackiness and high cohesive force. Moreover, although there is matter which has an effect in water redispersible grants, such as a polyethylene glycol and a polyalkylene glycol, elsewhere, even if it uses these, neither a strong tackiness nor high cohesive force is obtained.

[0013] As mentioned above, since it can be easily disaggregated in water and moreover equips regeneration pulp with the feature that tackiness does not remain when re-pulping after the water redispersible binder constituent of this invention uses these as tackiness paper, an object for adhesive tapes, etc. while excelling in adhesion physical properties, recovery of used paper is possible for it. Furthermore, it has and has the feature that recycled paper can be manufactured without worsening the water quality of waste water, since it does not start passing to waste underwater one, it is re-distributed and a binder is stopped in pulp like before.

[0014]

[Example] An example explains this invention concretely below. All of the section in a sentence and % are based on weight criteria.

[0015] the example 1 acrylic-acid 2-ethylhexyl 75 sections, the vinyl acetate 14 section, the caprolactone addition product (tradename ***** M-5300, product made from **** Synthetic-chemistry Industry) 5 section of an acrylic acid, the acrylic-acid 6 section, the water 100 section, the ammonium-persulfate 0.4 section, the anionic surface active agent 1 section, and the nonionic-surface-active-agent 2 section -- a well-known emulsion polymerization method -- reacting -- 150 centipoise viscosity and solid -- the copolymer emulsion of 0.8 micrometers of pH 2.0 particle diameters was obtained 50.6% [part] Next, the caustic-alkali-of-sodium 1.6 section equivalent to the 0.4 equivalent is diluted 10 times with water to the carboxyl group 1 equivalent in this copolymer emulsion, and it considers as the caustic-alkali-of-sodium aqueous solution. It counteracts by adding this caustic-alkali-of-sodium aqueous solution to a copolymer emulsion. 7 Next, the tradename sorbitol "Nikken" (Nikken Chemicals Co., Ltd. make) was used as the sections, in addition the binder constituent of this invention.

[0016] the example 2 acrylic-acid n-butyl 70 section, the acrylic-acid methoxy ethyl 15 section, the vinyl acetate 7 section, the caprolactone addition product (product made from tradename ***** M-5300 **** Synthetic-chemistry Industry) 5 section of an acrylic acid, the acrylic-acid 3 section, the water 100 section, the ammonium-persulfate 0.4 section, the anionic surface active agent 1 section, and the nonionic-surface-active-agent 2 section -- the same technique as an example 1 -- a polymerization -- carrying out -- 130 centipoise viscosity and solid -- the copolymer emulsion of 0.5 micrometers of pH 2.3 particle diameters was obtained Next, the caustic-alkali-of-sodium 2.33 section which is equivalent to the 1 equivalent to the carboxyl group 1 equivalent in this polymer emulsion is diluted 10 times with water, and it considers as the caustic-alkali-of-sodium aqueous solution. It counteracts by adding this caustic-alkali-of-sodium aqueous solution to a copolymer emulsion. 27 Next, the tradename sorbitol "Nikken" (Nikken Chemicals Co., Ltd. make) was used as the sections, in addition the binder constituent of this invention.

[0017] the example 3 acrylic-acid 2-ethylhexyl 40 sections, the acrylic-acid n-butyl 40 section, the vinyl acetate 13 section, the caprolactone addition product (product made from tradename ***** M-5300 **** Synthetic-chemistry Industry) 2 section of an acrylic acid, the acrylic-acid 5 section, the water 100 section, the ammonium-persulfate 0.4 section, the anionic surface active agent 1 section, and the nonionic-surface-active-agent 2 section -- the same technique as an example 1 -- a polymerization -- carrying out -- 160 centipoise viscosity and solid -- the copolymer emulsion of 0.6 micrometers of pH 2.1 particle diameters was Next, the caustic-alkali-of-sodium 1.52 section which is equivalent to the 0.5 equivalents to the carboxyl group 1 equivalent in this copolymer emulsion is diluted 10 times with water, and it considers as the caustic-alkali-of-sodium aqueous solution. It counteracts by adding this caustic-alkali-of-sodium aqueous solution to a copolymer emulsion. Next, tradename refined-glycerine R and G (Nippon Oil & Fats Co., Ltd. make) were used as the 24 sections, in addition the binder constituent of this invention.

[0018] The polymerization of the example of comparison 1 acrylic-acid n-butyl 50 section, the acrylic-acid methoxy ethyl 30 section, the vinyl acetate 12 section, the acrylic-acid 8 section, the water 100 section, the ammonium-persulfate 0.4 section, the anionic surface active agent 1 section, and the nonionic-surface-active-agent 2 section was carried out by the same technique as an example 1, and it considered as the binder constituent for a comparison.

[0019] Except having removed the tradename sorbitol "Nikken" from the constituent of example of comparison 2 example 1, it manufactured like the example 1 and considered as the binder constituent for a comparison.

[0020] It stirs, putting in and carrying out the nitrogen purge of the water 130 section and the bicarbonate-of-soda 0.5 section to an example of comparison 3 reaction container. The potassium persulfate solution 20 section melted in water 0.5% at concentration as the mixed liquor and polymerization initiator with the acrylic-acid 95 section, the ethyl-acrylate 5 section, and the water 70 section is prepared for a separate container. You make it the mixed liquor of the above-mentioned acrylic acid, an ethyl acrylate, and water and the aqueous solution of potassium persulfate serially dropped from a separate item, and a polymerization reaction is made to start from the time of heating inside ** and becoming 88 degrees C. An instillation reaction is carried out for 3 hours, holding reaction temperature at 90 degrees C after that. It cooled, after continuing at this temperature after an instillation end for 2 hours and ending the polymerization reaction, and a little transparent base polymer was obtained. Next, the 35 sections (seven ethyleneoxide addition mols, Nonion nature surfactant of HLB12.2) of polyoxyethylene octyl phenyl ethers were added among the base polymer 100 section, and it stirred at 50 degrees C for 2 hours, and considered as the binder constituent for a comparison.

[0021] The following technique estimated the binder constituent obtained in the example and the example of a comparison. The coverage was performed to the base material of the tackiness paper used here by 25g/m² using paper-of-fine-quality 55K. Adhesive-power: JIS after cutting a test piece to 25x150mm and removing a releasing paper It was stuck by pressure on SUS304 plate using the application device specified by Z-0237. After 60 minute progress, 180 degrees was subtracted, it removed using tensilon universal-testing-machine; model LTM-4 Made from a ***** Tech, and adhesive power was measured. However, the hauling speed was performed by part for 300mm/.

[0022] Holding-power (gap distance): Based on JISZ-0237, it sticks on the end of SUS304 plate which made the test piece pure so that the area of 25x25mm of a test piece may touch, and it is stuck to it by pressure with a roller. After 20 minute progress, the end of a test piece is stopped by the clasp, a test piece is made to hang perpendicularly, and 1kg weight is attached at the nose of cam. The distance from which it shifted of 5 hours after under the 40-degree C ambient atmosphere is measured. When it falls on the way, it expresses with time.

[0023] Loop Tackiness: The examination was carried out using the above-mentioned tensilon universal testing machine. A test piece is cut to 25x150mm, 15mm of ends is doubled, it inserts in the chuck of a tensilon universal testing machine, and the loop of 31.85mm of peripheries is made. Next, JIS SUS304 polished plate specified by Z-0237 is raised the speed for 300mm/, and a loop is made to contact. In that case, the distance from SUS plate to the bottom is designed so that it may be set to 20mm. If SUS plate goes up to a position, a test piece will contact SUS plate, where a loop is crushed. SUS plate is immediately dropped the speed for 300mm/after adhesion. It considered as the loop tackiness with the adhesive power between SUS plates and the test pieces at this time.

[0024] Re-Pulping Nature: In order to measure the size of the re-distributed binder grain, the 0.5 sections, in addition the colored tackiness paper were produced for the coloring agent (the tradename ***** emulsion color, product made from *****) to the binder constituent 100 section. 32g of these tackiness papers is cut in a 10mmx10mm size, it takes in a container, 150ml of water is added, and it is immersed for 60 minutes. Next, 1850ml of water is added and diluted, and using the standard disaggregation machine made from Kumagai **** Industry, at the speed of 3000rpm, 50000 revolutions operate and it disaggregates. An extract sheet is produced using 500ml of disaggregation liquid, and the size of the binder grain re-distributed in recycled paper is measured. Moreover, it investigated whether tackiness would be sensed or not and considered as the test method of re-pulping nature.

[0025] If close functionality accepts and the diameter of this grain becomes in size of about 100 micrometers or more between the size of the re-distributed grain, and an adhesive manifestation, tackiness will be discovered, and in the size of about 100 micrometers or less, the binder of this invention has the feature of losing tackiness, when this grain is buried into pulp fiber. Therefore, re-pulping nature estimated that that which re-pulping nature estimates that what whose diameter of this grain is 100 micrometers or less in size, and does not have tackiness is good, and considers as success, and whose diameter of this grain is about 100 micrometers or more in size, and is adhesive was bad, and it was made into the rejection. In addition, since the binder by which the binder coat melted into water about what carries out full lysis polluted waste water, it considered as the rejection.

[0026]

A test result Adhesive power (g) Holding power Roof ** tackiness Diameter of a re-particulate material Formation nature of re- ** ** ***** SUS plate (** ** **) (g) (mum) Example 1 1920 Nothing 1200 20-70 Success example 2 1680 2mm 650 40-90 Success example 3 2200 Nothing 1310 30-80 Example of success comparison 1 2230 Nothing 545 500 or more Example 2 of a rejection comparison 1820 Nothing 1100 100-150 Example 31860 of a rejection comparison Nothing 980 Full lysis Rejection [0027]

[Effect of the Invention] Moreover, like the conventional water-soluble binder, since the binder constituent of this invention makes a principal component a specific acrylic copolymer and specific sugar-alcohol, in case it re-pulps the tackiness paper and the adhesive tape using this, it can be disaggregated easily, a binder flows out underwater, during re-pulping, it is what solved the problem worsen the water quality of waste water, and re-paper making of the binder in used paper is carried out [a moderate size re-distributes with pulp and] with pulp.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-328666

(43) 公開日 平成9年(1997)12月22日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	片内整理番号	P I	技術表示箇所
C 0 9 J 133/06	J D C		C 0 9 J 133/06	J D C
// C 0 8 F 220/18	M L Y		C 0 8 F 220/18	M L Y
(C 0 8 F 220/18				
218: 08				
220: 06)				
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-170529

(22) 出願日 平成8年(1996)6月10日

(71) 出願人 000105877

サイデン化学株式会社

東京都中央区日本橋本町3丁目4番7号

(72) 発明者 宮島 恒久

埼玉県浦和市辻7丁目14番2号 サイデン

化学株式会社内

(72) 発明者 吉田 郁夫

埼玉県浦和市辻7丁目14番2号 サイデン

化学株式会社内

(54) 【発明の名称】 水再分散性の粘着剤組成物

(57) 【要約】

【目的】 タック紙や粘着テープ等に使用でき、かつ資源保護の目的で再パルプ化する際には粘着剤の皮膜はパルプと共に再分散されて抄紙されるから廃水の水質悪化をきたさない。

【構成】 (メタ) アクリル酸アルキル(炭素数4~12) エステルと酢酸ビニルと(メタ) アクリル酸及び(メタ) アクリル酸のカプロラクトン付加物を主成分とし、これらの特定割合からなる共重合ポリマーのアルカリ金属塩100重量部に対してソルビトールなどの糖アルコール類を5~60重量部添加してなる水再分散性粘着剤組成物。

(2)

特開平9-328666

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)炭素数が4～12のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル40～95重量%と、(b)酢酸ビニル2～20重量%と、(c)(メタ)アクリル酸2～10重量%と、(d)(メタ)アクリル酸のカプロラクトン付加物(付加モル数1～10)1～9重量%および(e)他の共重合性モノマー0～55重量%との共重合ポリマーのカルボキシル基の一部または全部がアルカリ金属塩となっているポリマー100重量部に対して糖アルコール類を5～60重量部添加してなる水再分散性の粘着剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はタック紙や粘着テープ用として種々の用途に使用でき、かつ資源保護等の目的で再パルプ化するときは簡単に水に離解できて古紙の回収が可能な水再分散性の粘着剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、再パルプ化の重要性が高まり、それらの要求を満たすことができる粘着剤の開発に種々の努力がなされてきた。その試みの例として特開平5-156222号の明細書には例えば(メタ)アクリル酸等のカルボキシル基含有ビニル系モノマーを主成分とするコポリマーに可塑性付与可能な界面活性剤を添加してなるアルカリ可溶型粘着剤組成物が記載されている。また特開平5-70755号の明細書には水溶性または水再分散性の感圧性粘着剤におけるベースポリマーとしてアクリル酸アルコキシエチル20～99重量%とスチレンスルホン酸塩30～1重量%と他の共重合性モノマー50～0重量%との共重合ポリマーを用いることが記載されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】前述した特開平5-156222号記載のものはアルカリ水にて完全に溶解する粘着剤であり、また特開平5-70755号記載の感圧性粘着剤(以後粘着剤と称する)も水中で良好な水溶性または水分散性が得られるとしている。従って、タック紙や粘着テープ等を再パルプ化するときは粘着剤は簡単に水やアルカリ水に溶解するかまたは再分散するから初期の目的は達成されたと言える。

【0004】しかしながら、粘着剤が水中に流れ出るということは廃水の水質を悪化させるという更に別の問題を生ずることになる。本発明はこのような廃水の問題点をも改善したものであって、古紙中の粘着剤皮膜は再パルプ化の工程においては適度のサイズに分散されて再生パルプ中に留まり、該パルプ繊維中に埋もれて粘着性を失うという特徴を有するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は水溶性粘着剤の

抱える問題を解決するものであって、廃水の水質を悪化させないで、つまり廃水中に粘着剤を流し出さないで、しかも再生紙の紙質を悪化させないようなりサイクル用粘着剤組成物である。

【0006】具体的には(a)炭素数が4～12のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステル40～95重量%と、(b)酢酸ビニル2～20重量%と、(c)(メタ)アクリル酸2～10重量%と、

(d)(メタ)アクリル酸のカプロラクトン付加物(付加モル数1～10)1～9重量%および(e)他の共重合性モノマー0～55重量%との共重合ポリマーのカルボキシル基の一部または全部がアルカリ金属塩となっているポリマー100重量部に対して糖アルコール類を5～60重量部添加してなる水再分散性粘着剤組成物である。

【0007】(a)成分の炭素数が4～12のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸アルキルエステルとしてはアクリル酸ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシルなどが特に好ましいが他の(メタ)アクリル酸エステルも適当に組み合わせて使用できることは言うまでもない。この(a)成分は粘着力と内部凝集力を与える成分であり少なくとも40重量%が必要である。(b)成分の酢酸ビニルは粘着物性の機能を向上させるために必要であり、また苛性アルカリが(メタ)アクリル酸の中和のために使用される際には一部加水分解されてポリビニルアルコールとなり粘着剤の水再分散性を向上させるなどの作用があるもので、少なくとも2重量%が使用されないとその作用が現われ難い。しかし多く使い過ぎるとポリマーの凝集力が高くなりタックが減少するから20重量%位までに止めておくのがよい。(c)成分の(メタ)アクリル酸とはアクリル酸もしくはメタクリル酸のことであるが、これらはそのカルボキシル基の少なくとも0.2当量以上の苛性アルカリ即ち苛性ソーダまたは苛性カリによって中和され、粘着剤に水再分散性を付与する作用をするもので少なくとも2重量%は必要である。しかし、(メタ)アクリル酸の共重合割合が多過ぎると粘着物性を低下させ、また紙材中の金属塩と反応して水に再分散しにくくなるから10重量%までの使用に止めたがよい。

【0008】(d)成分の(メタ)アクリル酸のカプロラクトン付加物としてはカプロラクトンの付加モル数が1～10の範囲であり、かつ平均値が1～5の範囲にあるモノマー混合物を使用する。この(d)成分はカルボキシル基を有するモノマーの1種であるが(メタ)アクリル酸などと違ってこれを付加重合させたときポリマー主鎖に対して側鎖として結合するカルボキシル基が上記主鎖から遠ざかった位置に存在するというような分子構造をとることによりガラス転移温度の低いポリマーを与える。即ち粘着物性を与えるという作用をするものであ

(3)

特開平9-328666

3

る。(d)成分のカルボキシル基もその少なくとも0.2当量の苛性アルカリによって中和され、粘着剤に水再分散性と粘着物性を付与する作用をするもので、少なくとも1重量%は必要である。しかし(メタ)アクリル酸のカプロラクトン付加物の共重合割合が多過ぎると、重合反応を阻害して重合収率が悪化するので9重量%までの使用に止めた方がよい。

【0009】(e)成分の他の共重合性モノマーとしては(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸イソプロピル、スチレン、 α -メチルスチレン、イタコン酸、フマル酸、マレイン酸あるいはそれらのモノエステルやジエステル、(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチルなどのヒドロキシル基含有(メタ)アクリル酸エステル、(メタ)アクリル酸メトキシエチル、(メタ)アクリル酸エトキシエチル、アクリロニトリルなどのシアン化ビニルモノマー、(メタ)アクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、メタクリル酸グリシジルなどが挙げられる。これらの中から選ばれた一種又は二種以上のモノマーを0.5〜5重量%使用するが、特にアクリル酸アルコキシエチルを5〜30重量%共重合せしめるとポリマーの粘着物性と水再分散性を向上せしめるので好ましい。

【0010】上記の他の共重合性モノマーとしてカルボキシル基、アミド基、水酸基あるいはエポキシ基などの官能基を有するビニルモノマーを用いる場合、コポリマーにおける該ビニルモノマー単位の好ましい量は5重量%以下であり、それ以上増えると粘着剤として用いる際のタックが低下する。

【0011】上記のコポリマーは公知の乳化重合法またはマイクロサスペンション重合法等により合成される。その際必要に応じて連鎖移動剤および可塑剤等を添加してもよい。得られたコポリマーのカルボキシル基の一部または全部は苛性アルカリによって中和されるが、中和反応の時点は重合反応前であっても重合反応後であってもよい。中和反応にアンモニアを使用するとアンモニアの揮散とともに粘着剤の水再分散性が悪化するという欠点がある。またアミン類を使用すると粘着物性の凝集力が大幅に低下するのでこれらのアルカリ性物質で中和することは好ましくない。

【0012】本発明の粘着剤組成物は、このようにして得られたポリマー100重量部に対して糖アルコール類が5〜60重量部添加されるが、糖アルコール類としてはグリセリン、ソルビット、マンニット、ズルシット、イジット、エリトリット、アラビット、アドニット等があるが、中でもソルビットが粘着剤皮膚膜の可塑性及び水再分散性にすぐれた効果があり、かつ強いタックと高い凝集力を付与する。また他にポリエチレングリコールやポリアルキレングリコールなど水再分散性の付与に効果のある物質はあるが、これらを使用しても強いタックや高い凝集力は得られない。

4

【0013】以上のように、本発明の水再分散性粘着剤組成物は粘着物性にすぐれているとともに、これらをタック紙や粘着テープ用等として使用した後に再バルブ化するときは簡単に水に離解できて、しかも再生バルブには粘着性が残存しない特長を備えているので古紙の回収が可能である。更に従来のように粘着剤を廃水中に流し出すのではなく、再分散させてバルブ内に留めるので廃水の水質を悪化させないで再生紙を製造し得るという特長を備え持っている。

【0014】

【実施例】以下に本発明を実施例により具体的に説明する。文中の部及び%は全て重量基準によるものである。

【0015】実施例1

アクリル酸2-エチルヘキシル75部、酢酸ビニル14部、アクリル酸のカプロラクトン付加物(商品名アロニックスM-5300、東亜合成化学工業(株)製)5部、アクリル酸6部、水100部、過硫酸アンモニウム0.4部、アニオン界面活性剤1部、ノニオン界面活性剤2部を公知のエマルション重合方法で反応して、粘度150センチポイズ、固型分50.6%、pH2.0、粒子径0.8 μ mの共重合体エマルションを得た。次にこの共重合体エマルション中のカルボキシル基1当量に対して、0.4当量に相当する苛性ソーダ1.6部を水で10倍に希釈して苛性ソーダ水溶液とする。この苛性ソーダ水溶液を共重合体エマルションに加えて中和反応を行なう。次に商品名ソルビトール“日研”(日研化学(株)製)を7部加えて本発明の粘着剤組成物とした。

【0016】実施例2

アクリル酸n-ブチル70部、アクリル酸メトキシエチル15部、酢酸ビニル7部、アクリル酸のカプロラクトン付加物(商品名アロニックスM-5300東亜合成化学工業(株)製)5部、アクリル酸3部、水100部、過硫酸アンモニウム0.4部、アニオン界面活性剤1部、ノニオン界面活性剤2部を実施例1と同様の方法で重合して粘度130センチポイズ、固型分50.6%、pH2.3、粒子径0.5 μ mの共重合体エマルションを得た。次にこの重合体エマルション中のカルボキシル基1当量に対して1当量に相当する苛性ソーダ2.33部を水で10倍に希釈して苛性ソーダ水溶液とする。この苛性ソーダ水溶液を共重合体エマルションに加えて中和反応を行なう。次に商品名ソルビトール“日研”(日研化学(株)製)を27部加えて本発明の粘着剤組成物とした。

【0017】実施例3

アクリル酸2-エチルヘキシル40部、アクリル酸n-ブチル40部、酢酸ビニル13部、アクリル酸のカプロラクトン付加物(商品名アロニックスM-5300東亜合成化学工業(株)製)2部、アクリル酸5部、水100部、過硫酸アンモニウム0.4部、アニオン界面活性剤1部、ノニオン界面活性剤2部を、実施例1と同様の

5

方法で重合して、粘度160センチポイズ、固型分50.6%、pH2.1、粒子径0.6 μ mの共重合体エマルションを得た。次にこの共重合体エマルション中のカルボキシル基1当量に対して0.5当量に相当する苛性ソーダ1.52部を水で10倍に希釈して苛性ソーダ水溶液とする。この苛性ソーダ水溶液を共重合体エマルションに加えて中和反応を行なう。次に商品名精製グリセリンR・G（日本油脂（株）製）を2.4部加えて本発明の粘着剤組成物とした。

【0018】比較例1

アクリル酸n-ブチル50部、アクリル酸メトオキシエチル30部、酢酸ビニル12部、アクリル酸8部、水100部、過硫酸アンモニウム0.4部、アニオン界面活性剤1部、ノニオン界面活性剤2部を実施例1と同様の方法で重合して比較用の粘着剤組成物とした。

【0019】比較例2

実施例1の組成物から商品名ソルビトール“日研”を除いた以外は実施例1と同様に製造して比較用粘着剤組成物とした。

【0020】比較例3

反応容器に水130部及び重炭酸ソーダ0.5部を入れて窒素置換しながら攪拌する。アクリル酸95部、アクリル酸エチル5部及び水70部との混合液及び重合開始剤として水に0.5%濃度に溶解した過硫酸カリウム溶液20部を別々の容器に用意する。内温を加熱して88℃になった時点より上記のアクリル酸とアクリル酸エチルと水との混合液と過硫酸カリウムの水溶液を別口より逐次滴下せしめ重合反応を開始させる。その後反応温度を90℃に保持しながら3時間滴下反応する。滴下終了後同温度で2時間継続して重合反応を終結してから冷却しやや透明なベースポリマーを得た。次にベースポリマー100部にポリオキシエチレンオクテルフエニルエーテル（エチレンオキサイド付加モル数7、HLB12.2のノニオン性界面活性剤）を3.5部添加して50℃で2時間攪拌し比較用の粘着剤組成物とした。

【0021】実施例及び比較例で得た粘着剤組成物を以下の方法にて評価した。ここで使用するタック紙の基材には上質紙55Kを用い、塗布量は25g/m²で行なった。

接着力：試験片を25×150mmに切断し剥離紙を剥した後、JIS Z-0237で規定される圧着装置を用いてSUS304板の上に圧着した。6分経過後に（株）オリエンテック製のテンシロン万能試験機；モデルLTM-4を用い180°引き剥し接着力を測定した。ただし引っ張り速度は300mm/分で行なった。＊

試験結果

	接着力(a)	保持力	ループタック	再分散粒子径	再バルブ化性
	SUS板	(g)	(g)	(μ m)	
実施例1	1920	なし	1200	20~70	合格
実施例2	1680	2mm	650	40~90	合格

(4)

特開平9-328666

6

＊【0022】保持力（ズレ距離）：JIS Z-0237に準拠し、試験片を清浄にしたSUS304板の一端に、試験片の25×25mmの面積が接するように貼り付けローラーで圧着する。20分経過後、試験片の一端を留金で止め試験片が垂直に垂れ下がるようにし、その先端に1kgの重りを取り付ける。40℃の雰囲気下で5時間後のズレた距離を測る。途中で落下した場合は時間で表わす。

【0023】ループタック：試験は上記のテンシロン万能試験機を用いて実施した。試験片を25×150mmに切断し、両端15mmを合わせて、テンシロン万能試験機のチャックにはさみ込み円周31.85mmのループを作る。次にJIS Z-0237で規定されている研磨したSUS304板を300mm/分の速度で上昇させループと接触させる。その際SUS板から最下部までの距離は20mmになるよう設計する。SUS板が所定の位置まで上昇すれば試験片はループがつぶれた状態でSUS板と接触することになる。接着後直ちに300mm/分の速度でSUS板を下降させる。このときのSUS板と試験片の間の接着力をもってループタックとした。

【0024】再バルブ化性：再分散した粘着剤粒子の大きさを測定するために、粘着剤組成物100部に対して着色剤（商品名コベック・エマルションカラー、ノーコー（株）製）を0.5部加えて着色したタック紙を作製した。該タック紙32gを10mm×10mmの大きさに切断して容器に採り水150mlを加えて60分間浸漬する。次に水1850mlを加えて希釈し篩管理機工業（株）製の標準離解機を用いて3000rpmのスピードで50000回転作動して離解する。離解液500mlを用いて手抄シートを作製し、再生紙中に再分散した粘着剤粒子の大きさを計る。また粘着性を感じられるか否かを調べて再バルブ化性の試験方法とした。

【0025】本発明の粘着剤は再分散した粒子の大きさと粘着性の発現の間に密接な相関性が認められ、該粒子の直径が約100 μ m以上の大きになると粘着性が発現し、約100 μ m以下の大きさでは該粒子がバルブ繊維の中に埋もれてしまうことによって粘着性を失うという特長がある。したがって該粒子の直径が100 μ m以下の大きさであって粘着性がないものを再バルブ化性が良いと評価して合格とし、該粒子の直径が約100 μ m以上の大きさであって粘着性があるものを再バルブ化性が悪いと評価して不合格とした。その他、粘着剤皮膜が水に完全溶解するものについては、溶けた粘着剤が廃水を汚染するので不合格とした。

【0026】

		(5)		特開平9-328666	
7				8	
実施例3	2200	なし	1310	30~80	合格
比較例1	2230	なし	545	500以上	不合格
比較例2	1820	なし	1100	100~150	不合格
比較例3	1860	なし	980	完全溶解	不合格

【0027】

【発明の効果】本発明の粘着剤組成物は特定のアクリル系コポリマーと糖アルコールを主成分とするものであるから、これを用いたタック紙や粘着テープを再バルブ化するには容易に離解でき、しかも従来の水溶性粘着剤*

＊のように粘着剤が水中に流れ出て廃水の水質を悪化させるという問題を解決したもので、古紙中の粘着剤は再バルブ化中は適度のサイズにバルブと共に再分散され、バルブと共に再抄紙される。

【手続補正言】

【提出日】平成8年10月4日

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正内容】

【0024】再バルブ化性：再分散した粘着剤粒子の大きさを測定するために、粘着剤組成物100部に対して着色剤（商品名コベック・エマルジョンカラー、メーコ

ニ（株）製）を0.5部加えて着色したタック紙を作製した。該タック紙32gを10mm×10mmの大きさに切断して容器に採り水150mlを加えて60分間浸漬する。次に水1850mlを加えて希釈し熊谷理機工業（株）製の標準離解機を用いて3000rpmのスピードで50000回転作動して離解する。離解液500mlを用いて手抄シートを作製し、再生紙中に再分散した粘着剤粒子の大きさを計る。また粘着性が感じられるか否かを調べて再バルブ化性の試験方法とした。